

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—104216

⑤ Int. Cl.³
D 01 F 6/62

識別記号

庁内整理番号
6768—4L

④ 公開 昭和58年(1983)6月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑬ ポリトリメチレンテレフタレート繊維の製造
法

② 特 願 昭56—200227
② 出 願 昭56(1981)12月14日
⑦ 発 明 者 吉本正人

茨木市耳原3丁目9番233号
⑦ 発 明 者 松井亨景
茨木市中津町12—3
⑩ 出 願 人 帝人株式会社
大阪市東区南本町1丁目11番地
⑭ 代 理 人 弁理士 保高春一

明 細 書

1. 発明の名称

ポリトリメチレンテレフタレート繊維の製造
法

2. 特許請求の範囲

繰り返し単位の 85 モル% 以上がトリメチレン
テレフタレート単位からなるポリトリメチレンテレフ
タレートを紡糸速度 2000 m/min 以上で溶融紡糸
して複屈折率 Δn が 0.035 以上の未延伸糸を得、
その未延伸糸を 35～80℃ の範囲の温度に保つた
予熱ローラを用いて延伸することを特徴とするポ
リトリメチレンテレフタレート繊維の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ポリトリメチレンテレフタレート繊
維の製造法の改良に関し、詳しくはポリトリメチ
レンテレフタレート繊維をラップ、毛羽、糸切れ
等の生じない安定した状態で製造し得る方法に関
する。

ポリエチレンテレフタレート繊維は現在合成繊
維の中心的存在で、その製造法も多岐に亘り枚挙

のいとまがない程である。また最近、ポリブチ
レンテレフタレート繊維も種々の用途に使用され
て来ており、その製造法についても多く報告され
ている。

一方、メチレン基の数でポリエチレンテレフタ
レートとポリブチレンテレフタレートとの中間に位
置するポリトリメチレンテレフタレートの繊維に
ついては、これまで殆んど検討されていないのが
実状である。

ポリトリメチレンテレフタレート繊維は、伸長
弾性回復率がすぐれ、ヤング率が低く、染色性が
良好で、化学的にも安定しており、衣料用に好適
な繊維である。

しかしながら、トリメチレンテレフタレート繊
維は、通常の紡糸法では、未延伸糸の配向度及び
結晶化度が極めて低く、かつ、ガラス転移温度も
おとと低いので、原糸経時の影響が極めて大きく、
例えば、未延伸糸の1次降伏応力、自然延伸倍率
及び最大延伸倍率が時間のオーダーで変化するか
ら、延伸操作が極めて難しく、毛羽、ラップ、

糸切れが極めて多くなり、安定な製造が出来ないと云う問題がある。

そこで、本発明者等は、ポリトリメチレンテレフタレート繊維を、毛羽、ラップ、糸切れ等を生ぜしめることなく、安定して製造する方法について鋭意研究し、本発明に到達したものである。

本発明は、繰り返し単位の85モル%以上がトリメチレンテレフタレート単位からなるポリメチレンテレフタレートを紡糸速度2000 m/min以上で溶融紡糸して複屈折率 Δn が0.035以上の未延伸糸を得、その未延伸糸を35～50℃の範囲の温度に保つた予熱ロータを用いて延伸することを特徴とするポリトリメチレンテレフタレート繊維の製造法にある。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明におけるポリトリメチレンテレフタレートは、繰り返し単位の85モル%以上がトリメチレンテレフタレート単位からなるものであれば、15モル%の未調の第三成分を含んでいてもよい。

ポリトリメチレンテレフタレートは、テレフタ

ル酸又はその機能的誘導体と、トリエチレングリコール又はその機能的誘導体とを、触媒の存在下で、適当な反応条件下に結合せしめることによつて合成される。このポリトリメチレンテレフタレートの重合完結前に、適当な1種又は2種以上の第3成分を添加して、共重合ポリエステルとしてもよい。その適当な第3成分としては、2個のエステル形成性官能基を有する脂肪族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸、芳香族ジカルボン酸、オキシカルボン酸等、あるいは、これらの機能的誘導体が例示される。また、これ等の他に、二酸化チタン等の触媒剤や、リン酸、亜リン酸及びそれらのエステル等の安定剤、ヒドロキシベンゾフェノン誘導体、シアノアクリレート誘導体等紫外線吸収剤及び触媒剤阻害剤等が含まれていてもよい。

そして、以上のようなポリトリメチレンテレフタレートは、無限粘度 $[\eta]$ が0.50～1.20、好ましくは0.65～1.10のものである。無限粘度が0.50未満の場合は、ポリマーの溶融粘度が低すぎるため、紡糸性が不安定となり、又、得られる

繊維の強度も低く満足できるものではない。逆に、無限粘度が1.20を超える場合は、溶融粘度が高過ぎるため、ギアポンプでの計量がスムーズに行なわれなくなり、吐出不良等で紡糸性は低下する。

なお、この無限粘度 $[\eta]$ は次の定義式に基づいて求められる値である。

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta_r}{c} \quad (\eta_r = 1)$$

定義式の η_r は純度98%以上のオルソクロルフェノールで溶解したポリトリメチレンテレフタレートの希釈溶液の粘度を同一温度、同一単位で測定した上記溶剤自体の粘度で割つた値であり、相対粘度と称せられているものである。また c は、上記溶液100cc中のグラム単位による溶質重量値である。

上述のポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する紡糸温度は245～290℃、好ましくは260～280℃が適当である。紡糸温度が245℃未満の場合は、温度が低過ぎて安定した溶融状態になり難く、得られた繊維も熟成化して、満足し得

る強度、伸度を示さなくなる。また、紡糸温度が290℃を超えると、熱分解が激しくなり好ましくない。

本発明においては、紡糸速度を2000 m/min以上、好ましくは2500 m/min以上に設定する。紡糸速度が2000 m/min未満の場合は、得られた未延伸の配向度及び結晶化度が極めて低くて不安定な状態にあり、延伸操作が円滑に行なわれない。すなわち、紡糸速度が2000 m/min未満であると、未延伸糸の配向度を示す複屈折率 Δn が0.035未満となり、結晶化度 X_c の10%未満となつて、しかもポリマーのガラス転移温度が50℃と低いため、室温状態でも容易に分子運動が起つて、そのために未延伸糸の経時変化が極めて速く進行する。従つて、延伸時に、毛羽・ラップが極めて多く発生し、良好な性質を有するポリトリメチレンテレフタレート繊維を得る事は困難である。

なお、複屈折率は、通常用いられている光学顕微鏡とコンペンセーターの系で繊維の断面に観察される偏光のリターデーションから求められる値で

あり、結晶化度は、X線に垂直な平面内に試料を回転して得られる干渉強度曲線と、子午方向の干渉の谷を結んだ非晶領域にもとづく干渉曲線の差から結晶にもとづく干渉強度の積分値を求め($2\theta = 10 \sim 40^\circ$)、非干渉散乱補正後の全面積に対する比で求めた値である。

紡糸したポリトリメチレンテレフタレート未延伸糸の延伸においては、延伸予熱ローラの温度が延伸性及び得られた延伸糸の物性に大きく影響する。本発明においては、 $30 \sim 80^\circ\text{C}$ の範囲、好ましくは $50 \sim 70^\circ\text{C}$ の範囲の温度に保った延伸予熱ローラを用いて延伸する。予熱ローラ温度が 30°C 未満の場合、得られる繊維の強度・伸度は小さいものとなり、延伸時のラップ、毛羽の発生が多くなる。この原因としては、ポリトリメチレンテレフタレート未延伸糸はトリメチレンテレフタレート単位の繰り返し長さが短かい、所謂「ちぢんだ」状態にあるので、予熱ローラ温度が 30°C 未満では予熱不足となつて延伸による分子鎖の引伸ばしあるいは配向が円滑に行われなくなるため、と云うこと

と、充分に配向し、結晶化も進んでいた。次いで、該未延伸糸を 60°C に加熱した直径 90 mm の加熱ローラに5回ターンさせ、延伸倍率 1.25 、延伸速度 500 m/min で延伸し、75デニール 36フィラメントの延伸糸を得た。延伸状況は極めて良好であり、12個の同時の延伸でラップ・断糸及び毛羽の発生はなかつた。

また、未延伸糸を室温 20°C 、湿度 60% の条件下に24時間放置して、その後延伸しても延伸性は低下しなかつた。

得られた延伸糸は繊維強度 3.3 g/d 、伸度 31% 、 10% 伸長時の弾性回復率が 95% と、すぐれた物性値を示した。

この延伸糸に仮撚加工を施したが、断糸が殆んどなく、加工状況は良好であつた。

(比較例)

実施例1と同じポリトリメチレンテレフタレートを吐出量 24.5 g/min 、紡糸速度 1200 m/min にした他は実施例1と同じ条件で紡糸して、195デニール 36フィラメントの未延伸糸を得た。得

が考えられる。また、予熱ローラの温度が 80°C を越えると、延伸時に糸が予熱ローラに極めて抱き付きやすくなつて、延伸性が低下する。この原因については、予熱温度が高過ぎるので、ポリトリメチレンテレフタレートが結晶化して延伸性が低下するか、あるいは、分子運動が激しくなり過ぎて延伸性が低下するため、と云うことが考えられる。延伸予熱ローラの温度以外の他の延伸条件については、通常のポリエステル糸の延伸操作を適用できる。

以下、本発明を実施例に基づいて説明する。

(実施例-1)

繊維粘度 0.90 のポリトリメチレンテレフタレートを、紡糸温度 280°C 、吐出量 36.5 g/min 、紡糸速度 3500 m/min 、冷却風量 $1.8\text{ Nm}^3/\text{min}$ の条件下で溶融紡糸して、94デニール 36フィラメントの未延伸糸を得た。

得られた未延伸糸について、前記の方法にて、複屈折率、結晶化度を測定したところ、

$$\Delta n = 0.075, \quad X_0 = 30\%$$

られた未延伸糸について、複屈折率、結晶化度を測定したところ

$$\Delta n = 0.010$$

$$X_0 < 10\% \text{ (測定不能)}$$

と、ほとんど配向、結晶化が進んでいない。

次いで、この未延伸糸を 60°C に加熱した直径 90 mm の加熱ローラに5回ターンさせ、延伸倍率 2.45 、延伸速度 500 m/min で延伸し、75デニール 36フィラメントの延伸糸を得た。延伸状況は、極めて不良であり、12個を同時に延伸した場合、全編ラップ、毛羽が発生した。

得られた延伸糸の物性は、強度 3.2 g/d 伸度 37% であつた。この延伸糸は、バーン全体に毛羽が発生しているので、仮撚加工すると、毛羽、断糸が多発し、良好な加工糸を得ることのできないものであつた。

一方、上記未延伸糸を、室温 20°C 、湿度 60% の条件下で、5時間放置した後、上記と同様の条件により延伸したところ、ラップ、糸切れが多発し

て、延伸糸を採取することは殆んど不可能であつた。

〔実施例-2〕

実施例-1の方法で得られた未延伸糸を、予熱ローラ温度が30℃、60℃、85℃の3条件について、実施例1と同様の要領により延伸倍率1.25、延伸速度300 m/minで延伸した。延伸状況及び得られた延伸値の物性は下表の通りであつた。

加熱ローラ 温度(℃)	延 伸 状 況		延 伸 糸 物 性	
	加熱ローラ捲付き	ラップ	強度(g/d)	伸度(%)
30	○	×	2.7	32
60	○	○	3.3	37
85	×	△	3.0	38

表中の加熱ローラ捲付きは加熱ローラに未延伸糸が捲付いて断糸する頻度を示しており、×は5～20分に1回断糸した頻度の高い結果、○は捲付き、したがって断糸が殆んどなかつた結果を示している。またラップは加熱ローラとの間で延伸ロ

ーラへの織維の捲付きを示しており、×はラップの発生が10～15分に1回と非常に多かつた結果、△は15～20分に1回と稍多かつた結果、○はラップの発生が殆んどなく、安定に延伸が行われて、延伸糸1号の完全巻取り採取が可能であつた結果を示している。

表の結果から明らかなように、ポリトリメタレンテフタレート織維の延伸においては延伸予熱ローラすなわち、加熱ローラの温度の影響が大きく、加熱ローラ温度をお℃～80℃、好ましくは60℃～70℃の範囲にして延伸するならば、優れた物性値を有する延伸糸を、糸切れ、毛羽発生が少ない、安定した状態で製造することができる。

特許出願人 帝人株式会社

代理人 弁理士 保 高 春

